

[19] 中华人民共和国国家知识产权局



[12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 03147428.4

[51] Int. Cl<sup>7</sup>

B23B 27/14

B23B 51/00 B23C 5/00

B23D 13/00 C23C 14/00

[43] 公开日 2004 年 1 月 28 日

[11] 公开号 CN 1470350A

[22] 申请日 2003.7.10 [21] 申请号 03147428.4

[30] 优先权

[32] 2002.7.11 [33] JP [31] 2002-203324

[71] 申请人 住友电气工业株式会社

地址 日本大阪府

[72] 发明人 福井治世 山县一夫 津田圭一

今村晋也

[74] 专利代理机构 中科专利商标代理有限责任公  
司

代理人 柳春琦

权利要求书 2 页 说明书 17 页 附图 3 页

[54] 发明名称 被覆工具

[57] 摘要

通过在工具基部形成有多层涂膜的被覆工具实现了这样的带有涂膜的被覆工具，该工具具有润滑作用，同时保持了耐磨性。形成为涂层的是一层或多层如下的膜，分别为：第一种膜，由选自 TiSi 的氮化物、碳化物、碳氮化物、氧氮化物和羧基氮化物的一种化合物组成；第二种膜，由选自金属 M (选自 Ti、Cr 和 TiCr) 的氮化物、碳化物、碳氮化物、氧氮化物和羧基氮化物的一种化合物组成。第一和第二种膜是交替层叠的。

- 1、一种被覆工具，该工具包括：  
5 基部；  
该基部上形成有涂层，该涂层包括，交替层叠的一层或多层的每种如下的膜：  
第一种膜，由选自 TiSi 的氮化物、碳化物、碳氮化物、氧氮化物和  
羧基氮化物的一种化合物组成；和  
10 第二种膜，由选自 Ti、Cr 和 TiCr 的一种金属 M 的氮化物、碳化物、碳氮化物、氧氮化物和羧基氮化物中的一种化合物组成。
- 2、权利要求 1 所述的被覆工具，其中所述第一种膜和所述第二种膜的厚度各自为大于等于 0.5nm 和小于等于 50nm。
- 3、权利要求 1 所述的被覆工具，其中所述第一种膜和所述第二种膜  
15 的厚度各自为大于等于 0.5nm 和小于等于 10nm。
- 4、权利要求 1~3 任一条所述的被覆工具，其中 Si 在第一种膜中的含量，以原子重量%计，为大于 1%和小于等于 30%。
- 5、权利要求 1~3 任一条所述的被覆工具，其中 Si 在第一种膜中的含量，以原子重量%计，为大于 15%和小于等于 25%。
- 20 6、权利要求 1~3 任一条所述的被覆工具，其中：  
在所述第一种膜中，Ti-基化合物是立方晶体结构，而 Si-基化合物是无定形结构；  
在所述第二种膜中，金属-M 化合物是立方晶体结构；以及  
X-射线衍射分析所述涂层整体是立方晶系。
- 25 7、权利要求 1~3 任一条所述的被覆工具，其中第一种膜中的 Ti-基化合物是结晶物，其平均粒径为大于等于 0.1nm 和小于等于 10nm，并被分散到 Si-基化合物的无定形结构中。
- 8、权利要求 1~3 任一条所述的被覆工具，其中所述涂层的复合厚度为大于等于 0.5  $\mu\text{m}$  和小于等于 10  $\mu\text{m}$ 。

9、权利要求 1~3 任一条所述的被覆工具，其中在所述基部表面和所述涂层之间形成有中间层，所述中间层由选自 Ti、TiN、Cr 和 CrN 的一种物质组成。

10、权利要求 9 所述的被覆工具，其中优选所述中间层的厚度为大于等于  $0.05\mu\text{m}$  和小于等于  $1.0\mu\text{m}$ 。

11、权利要求 1~3 任一条所述的被覆工具，其中所述基部是选自烧结碳化钨，金属陶瓷，高速钢，陶瓷，立方体氮化硼烧结物，金刚石烧结物，氮化硅烧结物，以及含氧化铝和碳化钛的烧结物中的一种。

12、权利要求 1~3 任一条所述的被覆工具，其中被覆工具是选自钻子、端铣刀、可以标刻度的磨铣衬垫、可以标刻度的车削衬垫、金属开槽锯、齿轮切削工具、铰刀或螺丝攻的一种工具。

13、权利要求 1~3 任一条所述的被覆工具，其中所述涂层是通过物理蒸汽沉积技术形成的，以 TiSi 合金和金属 M 分别作为蒸发源材料，在含氮、碳和氧中的一种或多种元素的气体中进行。

14、权利要求 13 所述的被覆工具，其中：

物理蒸汽沉积技术所用的 TiSi-合金蒸发源材料是通过高温等静压法产生的，其相对密度为 99~100%；和

在源材料的表面上，包括其对面在内进行连续测距，没有发现缺陷。

15、权利要求 13 所述的被覆工具，其中物理蒸汽沉积技术是电弧-离子电镀技术。

16、权利要求 14 所述的被覆工具，其中物理蒸汽沉积技术是电弧-离子电镀技术。

## 被覆工具

5

## 技术领域

本发明涉及被覆工具，这些工具是在基部布置有多层涂膜的工具，例如钻子、端铣刀、可以标刻度的磨铣衬垫、可以标刻度的车削衬垫、金属开槽锯、齿轮切削工具、铰刀或螺丝攻。特别是本发明涉及装备有多层涂膜的被覆工具，这些涂膜有润滑作用，同时还保持了耐磨性。

## 背景技术

在由 WC-基烧结碳化物、金属陶瓷或高速钢组成的基部表面上形成由钛、钎、锆的碳化物、氮化物或碳氮化物或钛铝化物组成的单层或多层硬膜，以改善工具机和耐磨工具的耐磨性和表面保护能力，如今已经是众所周知的了。

然而，最近的趋势，如下面所列的，是趋向于机械加工中工具切削刃的温度越来越高，且对工具的特性有更严格的要求。

(1) 从全球环境保护观点出发，正在寻求一种不使用切割液（润滑剂）的干燥加工方法；

(2) 加工材料正在多样化；和

(3) 机械加工速度正在加速，以更加提高工效。

尤其是，高温下的膜稳定性（抗氧化性及与基部的粘合性）已经理所当然地成为了工具材料所需的特性；但是相对于工具使用寿命，耐磨性的增加--即，高温下的膜硬度--和取代了润滑剂的膜的润滑特性变得更为重要。

针对这种结果，日本专利 No. 2,793,773 中提议形成一种 TiAlSi-基的膜-- $(Al_xTi_{1-x-y}Si_y)(N_zC_{1-z})$ ，其中  $0.05 \leq x \leq 0.75$ ， $0.01 \leq y \leq 0.1$  和  $0.06 \leq z \leq 1$ 。这种技术通过向膜中掺入痕量的 Si 使膜具有良好的抗氧化性和高硬度，用来增强其抗磨性。

同样,日本专利申请公布号 No. H08-118106 建议形成一种 TiSi-基膜 -- $(\text{Ti}_{1-x}\text{Si}_x)(\text{C}_{1-y}\text{N}_y)_z$ , 其中  $0.01 \leq x \leq 0.45$ ,  $0.01 \leq y \leq 0.1$  和  $0.5 \leq z \leq 1.34$ 。通过将高硬度  $(\text{Ti}_{1-x}\text{Si}_x)(\text{C}_{1-y}\text{N}_y)_z$  涂在工具上, 该技术使得工具的耐磨性即使在连续高速机械加工时仍很突出, 足以延长工具的使用寿命。

5 但是上述的常规技术存在如下问题。

日本专利 No. 2,793,773 的技术是在膜中掺入铝, 在超过  $900^\circ\text{C}$  的高温下, 膜表面的铝优先和氧结合形成  $\text{Al}_2\text{O}_3$ 。问题是钛仍然分散在膜中, 形成非常多孔的二氧化钛, 从而削弱了膜的耐磨性。

日本专利申请公布号 No. H08-118106 的技术中,  $(\text{Ti}_{1-x}\text{Si}_x)(\text{C}_{1-y}\text{N}_y)_z$  高  
10 硬度的不利方面是由其极高的脆度产生的问题, 如果在机械工具中--尤其是在间断式切割中采用时一切割刃易于碎裂。

而且, 无论日本专利 No. 2,793,773 或是日本专利申请公布号 No. H08-118106 中都没有就膜的润滑性, 这一干燥作业中可能出现的问题, 进行任何研究。

15

## 发明内容

### 发明概述

因此, 本发明的首要目的是实现一种被覆工具, 该工具有高硬度和更好的耐磨性, 并具有卓越的润滑作用。

20 本发明人, 在实现上述目的过程中获得了如下知识: 将高硬度, 卓越耐磨性的膜和卓越润滑性的膜交替层压在基部, 这种结构是有优势的, 从而提出本发明。

特别地, 本发明是一种被覆工具, 其基部上布置有多层涂膜。所涂涂层是一层或多层如下的膜: 第一种膜, 由选自 TiSi 的氮化物、碳化物、碳氮化物、氧氮化物和羧基氮化物的一种化合物 (TiSi-基化合物)  
25 组成; 第二种膜, 是由选自金属 M (选自 Ti、Cr 和 TiCr) 的氮化物、碳化物、碳氮化物、氧氮化物和羧基氮化物的一种化合物 (金属 M 化合物) 组成的。然后将第一和第二种膜交替层叠起来。

本发明是将一种或多种具有非常高硬度、优良耐磨性的 TiSi-基化合物膜 (第一种膜) 分别和有优良润滑作用的金属-M 化合物膜 (第二种  
30

膜)交替层叠起来,使整个涂层同时具有高硬度、优良的耐磨性和润滑性。

而且,尽管具有润滑作用的金属-M 化合物与 TiSi-基化合物相比硬度较低,由于它们留在涂层中的压缩应力小,如果和 TiSi-基化合物膜结合在一起,可以减少整个涂层中的残余应力。因而使得本发明的工具可以控制在诸如间断式切割,这种切割刃经受冲击的工作中(偶然发生的)膜从切割刃上剥离和碎裂事件。而且,在金属-M 化合物中 Cr-基化合物涂膜由于其低摩擦系数和优良的抗焦化性质而特别适合应用于汽车零件等。

从如下的详细描述,并结合相应的附图,本领域的技术人员将很容易明白本发明上述的和其他的目的、特点、方面和优点。

#### 附图说明

图 1 是说明本发明工具涂层构造的示意图,其中:1A 是第一和第二种膜的双层结构;1B 是第一和第二种膜的复层层叠结构;1C 是这样一种构造,其中一部分是由第一种膜和第二种膜组成成分制成的单层,另一部分是由第一和第二种膜组成的复层层叠结构;1D 构造如下:一部分是由中间层和众所周知的膜组成的单层,另一部分是由第一和第二种膜组成的复层层叠结构;而 1E 是这样一种构造:其中由第一和第二种膜组成的复层层叠结构的侧面和单层相接。

图 2 是说明膜微观组成的示意图,其中 2A 表示本发明的一种工具,而 2B 为常规的工具。

图 3 表示的是一种膜-沉积设备,其中 3A 是膜-沉积设备的示意图,3B 是图 3A 中通过 B-B 的截面图。

#### 发明详述

下面将更详细地说明本发明。

本发明的工具中,许多构造,如图 1 所述的,其构思是将 TiSi-基化合物组成的第一种膜和由金属-M 化合物组成的第二种膜有机结合在一起。图 1A 是第一种膜 1 和第二种膜 2 的双层结构,图 1B 是第一种膜 1

和第二种膜 2 的复层层叠结构 3。可以给出的其他实例有：如图 1C 所示的构造，其中一部分是由第一种膜 1 和第二种膜 2 组成成分组成的单层 4，另一部分是由第一种膜 1 和第二种膜 2 组成的复层层叠结构 3；图 1D 所示的构造，其中一部分是由下述的中间层和众所周知的膜组成的单层 4'，另一部分是由第一种膜 1 和第二种膜 2 组成的复层层叠结构 3；以及如图 1E 所示的构造，其中由第一种膜 1 和第二种膜 2 组成的复层层叠结构 3 的侧面和单层 4 相接。图 1C 表示的是由第二种膜 2 组成成分组成的膜作为单层 4；图 1D 中，以众所周知的膜，例如 TiAlN 膜，作为单层膜 4'；而在图 1E 中，以第二种膜 2 组成成分组成的膜作为上层 4，以第一种膜 1 组成成分的膜作为下单层 4。应当理解，层叠顺序可以是第一种膜或者第二种膜靠着基部。

由 TiSi-基化合物组成的第一种膜和由金属-M 化合物组成的第二种膜的厚度分别优选为大于等于 0.5nm 和小于等于 50nm。层压了这样薄膜的结构能有效控制位错和破裂。膜厚度小于 0.5nm 时，不太可能获得增强的涂层硬度。同样，如果膜不足 0.5nm，组成涂层的化学元素分散开，严重威胁膜结构的稳定性，存在薄膜层叠结构消失或相邻膜结合使膜界面不可区分的危险。另一方面，膜厚度超过 50nm 时，容易降低薄膜层叠结构控制位移和破裂的效力。更优选厚度分别大于等于 0.5nm，小于等于 10nm。

优选 Si 在由 TiSi-基化合物组成的第一种膜中，以原子重量%计，大于 1%且小于等于 30%。涂层中存在 Si 是需要的，因为它增强了涂层硬度，但是结合超过 30 原子重量%的 Si 有使涂层变脆的危险，从对立观点来看，其磨损倾向将被加速。而且，在通过物理蒸汽沉积形成第一种膜的情况下，是通过高温等静压制作 TiSi 合金靶（蒸发源材料）的，结合超过 30%的 Si 将使靶破裂，妨碍制造强度适合于涂层的材料。更优选第一种膜中结合的 Si 含量超过 15%，并小于等于 25 原子重量%。

第一种膜中，优选 Ti-基化合物（选自氮化物、碳化物、碳氮化物、氧氮化物和羧基氮化物的一种化合物）是立方的晶体结构，Si-基化合物（选自氮化物、碳化物、碳氮化物、氧氮化物和羧基氮化物的一种化合物）是无定形结构，而在第二种膜中，金属-M 化合物是立方晶体结构。

尽管在这种情况下整个涂层的结晶度可以用 X-射线衍射分析进行估计，但 Si-基化合物由于是无定形的而不能通过 X-射线衍射来识别。因此事实上，通过对整个涂层进行 X-射线衍射分析，只有由 TiSi-基化合物组成的第一种膜中的 Ti-基化合物—其具有立方晶体结构，和第二种膜中的金属-M 化合物—其也具有立方晶体结构，才能被识别，其结果意味着整个涂层的结构是立方晶系。应当理解，当除了由第一种膜和第二种膜组成的涂层外还配有下面所述的中间层时，配有中间层的整个膜结构也将是立方晶系。还应当理解，可以通过例如透射电子衍射法来估计 Si-基化合物的结晶度。

10 优选第一种膜中的 Ti-基化合物是平均颗粒直径为大于等于 0.1，小于等于 10nm 的结晶物，并优选 Ti-基化合物被分散在 Si-基化合物的无定形结构中。参照图 2，说明涂膜微观组成的示意图，其中 2A 表示本发明的工具，而 2B 为常规工具。如图 2A 所示，在本发明的工具中，第一种膜 1 中 Ti-基化合物的微小结晶颗粒 5 处于分散在无定形结构的 Si-基化合物 6 中的状态下。纳米大小的 Ti-基化合物晶体颗粒产生的所谓的纳米级效果通过提高涂层硬度和控制位移和破裂的功效防止了（对工具的）损伤。相反在常规工具中，由于组成涂层的微观结构整体上是所谓的柱形微结构 7，如图 2B 所示，如果发生破裂，每个垂直的微结构 7 都容易脱落，从而损坏涂层，即，使涂层易于磨损。再回到本发明中，由于结晶的 Ti-基化合物和无定形的 Si-基化合物处于混合相中，第一种膜可以分散能量，以减少可进入涂层的裂缝的传播，这进一步增强了耐磨性。而且，尽管第一种膜--结晶 Ti-基化合物和无定形 Si-基化合物的混合相--和由金属-M 化合物组成的第二种膜是交替层叠的，整个涂层没有像常规工具涂层那样变成柱形微结构，其细颗粒微观结构因而保持着。

25 同时，尽管与由 TiSi-基化合物组成的第一种膜相比，由金属 M 化合物组成的第二种膜在经常用作工作材料的钢材上的轻微焦化方面要低约 30%，但第二种膜有润滑作用。事实是本发明的工具因而即使在干燥工作操作中也具有较好的排屑能力，从而可以降低切割刃温度的升高，减缓工具损坏速度，延长工具使用寿命。此处，优选第二种膜具有图 2A 所示的柱形微结构 7。



由这样的第一种膜和第二种膜组成的涂层的复合厚度优选为大于等于  $0.5\mu\text{m}$  和小于等于  $10\mu\text{m}$ 。这是因为复合厚度不足  $0.5\mu\text{m}$  时不太可能得到增强的耐磨性，而复合厚度超过  $10\mu\text{m}$  时，有由于涂层内残余应力的影响而降低涂层和基部的结合强度的危险。

- 5 本发明的工具中，可以在基部和上述涂层之间提供中间层。中间层可以由选自 Ti（钛），TiN（氮化钛），Cr（铬），CrN（氮化铬）的一种化合物组成。特别是钛和氮化钛，因为和基部表面及涂层的粘合性都好，这些材料可以更加增强基部和涂层之间的粘合力。因此，提供刚刚所提的中间层可以控制涂层从基部的剥离，并进一步延长工具寿命。优选这种中间层的厚度大于等于  $0.05\mu\text{m}$  并小于等于  $1.0\mu\text{m}$ 。这是因为厚度
- 10 小于  $0.05\mu\text{m}$  时不可能提高粘附性，而厚度超过  $1\mu\text{m}$  时，不能进一步改善粘附性。

优选上述涂层和中间层形成于其上的基部选自烧结碳化钨，金属陶瓷，高速钢，陶瓷，立方体氮化硼（cBN）烧结物，金刚石烧结物，氮

15 化硅烧结物，以及含氧化铝和碳化钛的烧结物中的一种。

因为它们由主要成分为碳化钨（WC）的固体相和主要成分是诸如钴（Co）的铁族元素的结合相组成，可以使用一般使用的烧结碳化钨。此外，它们可以包含固体溶液，这种固体溶液由至少一种选自元素周期表中 4a、5a 和 6a 族过渡金属的元素和至少一种选自碳、氮、氧和硼的元素

20 组成。固体溶液可以是，名称实例，(Ta, Nb)C, VC,  $\text{Cr}_2\text{C}_2$  和 NbC。

金属陶瓷可以由上述固体溶液（由至少一种选自元素周期表中 4a、5a 和 6a 族过渡金属的元素和至少一种选自碳、氮、氧和硼的元素组成）；由一种或多种铁基金属组成的结合相；和不可避免的杂质组成。因此可以使用常规使用的金属陶瓷。

- 25 高速钢可以是，例如：SKH2、SKH5、SKH10、SKH9、SKH52 和 SKH56（JIS 符号）。

可以引用的陶瓷实例有：碳化硅，氮化硅，氮化铝和氧化铝。

cBN 烧结物可以是，例如，含 30 体积%或更多 cBN 的烧结物。更具体而言，可以例举如下烧结物：

(1) 含大于等于 30 体积% 并小于等于 80 体积% cBN 的烧结物, 其余部分由粘合材料、铁族金属和不可避免的杂质组成。粘合材料包含: 至少一种选自元素周期表中 4a、5a 和 6a 族元素的氮化物、硼化物和碳化物的化合物, 以及其固体溶液; 和铝化合物。

5 上述 cBN 烧结物中的 cBN 颗粒首先通过上述的粘合材料 (其和铁的亲合力低, 经常用作加工材料) 结合, 由于这些粘合较强, 从而增强了基部的耐磨性和强度。

CBN 含量为大于等于 30 体积%, 是因为含量不足 30 体积%时, cBN 烧结物的硬度开始降低, 其硬度不足以用来加工诸如回火钢之类的高硬度加工材料。cBN 含量为小于等于 80 体积%, 是因为在 cBN 含量  
10 超过 80 体积%的 cBN 烧结物中, 当 cBN 颗粒之间通过粘合材料相互结合时会出现问题, 可能强度会变差。

(2) 含大于等于 80 体积% 和小于等于 90 体积% cBN 的烧结物, 其中 cBN 颗粒相互结合, 其余部分由粘合材料和不可避免的杂质组成。铝  
15 化合物或钴化合物是粘合材料的主要成分。

通过和作为原材料的、充当催化剂的包括 Al 或 Co 的金属, 或者金属间化合物一起进行液相烧结, 这种 cBN 烧结物中的 cBN 颗粒相互结合在一起, 可以提高 cBN-颗粒的包含率。尽管 cBN 烧结物的耐磨性一般较差, 由于 cBN 颗粒一起形成了一个强结构骨架, 烧结物具有卓越的  
20 抗破碎性, 从而可以在苛刻的条件下进行加工。

cBN 含量大于等于 80 体积%是因为含量不足 80 体积%时, 难以通过 cBN 颗粒的相互结合形成结构骨架。cBN 含量小于等于 90 体积%是因为含量超过 90 体积%时, 由于 cBN 烧结物强度降低了, 作为催化剂的上述粘合材料的不足导致部分未烧结。

25 金刚石烧结物可以是, 例如, 含大于等于 40 体积%金刚石的烧结物。更具体而言, 列举如下的烧结物:

(1) 含 50~90 体积%金刚石的烧结物, 其余部分由铁族金属, 钨和不可避免的杂质组成。铁族金属特别优选钴。

(2) 含 85~99 体积%金刚石的烧结物, 其余部分由砂眼, 钨和不可  
30 避免的杂质组成。

(3) 含 60~95 体积%金刚石的烧结物, 其余部分由粘合材料和不可避免的杂质组成。粘合材料包含: 铁族金属; 选自元素周期表中 4a、5a 和 6a 族元素的碳化物和碳氮化物中的一种或多种化合物; 和钨。

5 (4) 含 60~98 体积%金刚石的烧结物, 其余部分由至少一种硅和碳化硅, 和钨及不可避免的杂质组成。

氮化硅烧结物可以是, 例如, 含 90 体积%或更多氮化硅的烧结物。特别优选的是含 90 体积%或更多的采用 HIP 方法(高温等压烧结法) 结合在一起的氮化硅的烧结物。优选这种烧结物的其余部分的组成如下: 由至少一种选自氧化铝, 氮化铝, 氧化钇, 氧化镁, 氧化锆, 二氧化  
10 钪, 稀土元素, TiN 和 TiC 的化合物组成的粘合材料; 和不可避免的杂质。

含氧化铝和碳化钛的烧结物可以是, 例如, 含大于等于 20 体积%和小于等于 80 体积%氧化铝、大于等于 15 体积%和小于等于 75 体积%碳化钛的烧结物, 其余部分组成如下: 至少一种选自 Mg、Y、Ca、Zr、  
15 Ni、Ti 的氧化物和 TiN 的粘合材料; 以及不可避免的杂质。特别优选氧化铝为大于等于 65 体积%和小于等于 70 体积%, 碳化钛为大于等于 25 体积%和小于等于 30 体积%, 粘合材料是至少一种选自 Mg、Y 和 Ca 氧化物的化合物。

本发明的被覆工具可以在包括钻子、端铣刀、可以标刻度的磨铣衬  
20 垫、可以标刻度的车削衬垫、金属开槽锯、齿轮切削工具、铰刀或螺丝攻的应用中采用。

为了将本发明的涂膜涂在基部上, 适合采用沉积方法, 这样可以产生高度结晶的化合物。在这种情况下, 优选由上述第一和第二种膜组成的涂层是通过物理蒸汽沉积形成的, 以 TiSi 合金和金属 M 分别作为蒸发  
25 源材料, 在含氮、碳和氧中的一种或多种的气体中进行沉积。而且, 本发明研究了多种沉积方法, 结果发现电弧-离子电镀沉积(阴极电弧离子电镀), 这种方法中原材料元素离子的比例高, 在物理蒸汽沉积技术中是突出, 作为最合适的选择。采用阴极电弧离子电镀可以在形成涂膜之前用金属离子轰击基部来处理基部表面, 因而可以显著增强涂膜的粘  
30 合度, 因此从粘合度角度考虑, 该方法是所需的方法。

上述物理蒸汽沉积技术中所用的 TiSi-合金蒸发源材料是通过高温等静压产生的, 相对密度为 99~100%, 并优选是这样一种材料, 其中在包括其对面在内的源材料表面进行连续测距, 没有诸如孔或裂缝的缺陷。这些条件可以预防在膜沉积过程中产生的诸如靶(蒸发材料)破裂的问题。

## 具体实施方式

下面将说明解释本发明的实施方案。

制作下面所阐述的被覆工具, 并验证其耐磨性。

### 10 实施方案 1

#### (1) 测试样的制作

##### i. 本发明产品: 测试样 1-1 至 1-8

首先说明本测试采用的膜沉积设备。参照图 3A--本测试所用膜沉积设备的示意图, 和图 3B--图 3A 中通过 B-B 的截面图。膜沉积设备在室 12 中, 该室装备有: 主工作台 13, 上面装有基片 19, 主工作台是旋转安装在支持柱 14 上的; 电弧蒸发源 15a、15b 和 15c 沿着室 12 的壁排列, 将基片 19 环绕起来; 直流电源 16a、16b (未图示) 和 16c 作为可变电

15 源接到蒸发源 15a、15b 和 15c 上; 直流电源 17 接在主工作台 13 上; 用于供气的气体入口 18; 和排气用的排气孔 18'。

20 室 12 和真空泵 (未图示) 相连, 可以改变室 12 的内压。在支持柱 14 内部有一个旋转轴 (未图示), 通过该轴旋转主工作台 13。主工作台 13 上的样品夹 20 用于夹持基片 19。主工作台 13、支持柱 14 和样品夹 20 和直流电源 17 的负极电相连, 而直流电源 17 的正极接地。电弧蒸发源 15a、15b 和 15c 和直流电源 16a、16b 和 16c 的负极电相连, 而直流

25 电源 16a、16b 和 16c 的正极都接地, 并和室 12 电相连。

然后电弧-蒸发源 15a、15b 和 15c 和室 12 之间的电弧放电使电弧-蒸发源 15a、15b 和 15c 部分熔化, 沿着图 3B 中箭头 21a、21b 和 21c 所指的方向蒸发阴极物质, 从而在基片 19 表面形成涂膜。同时从进气口 18 经质量流控制器 (未图示) 引入各种气体。这些气体可以是, 例如, 诸如氩气或氮气的惰性气体, 和诸如甲烷、乙炔或苯的烃类气体。为了在

30

这种膜沉积设备中放电，在电弧-蒸发源 15a、15b 和 15c 和室 12 之间施加几十~几百 V 的电压。

下面将解释测试样 1-1~1-8 的膜沉积方法。用 JIS P30 级烧结碳化物制造形状与日本工业标准 (JIS) SPGN 120308 一致的衬垫，作为基片。然后，使用图 3 中所示的膜沉积设备 11，同时旋转主工作台 13，用加热器（未图示）将衬垫形式的基片 19 加热到 550°C，用真空泵将室 12 的压力抽真空至  $1.3 \times 10^{-3}$  Pa。

接着，从进气孔 18 充氩气 15 分钟清洗基片 19 表面，保持室 12 内的压力为 3.0 Pa，逐渐升高直流电源 17 的电压直至 -1000V。然后从排气孔 18 排出氩气。

将直流电源 17 的电压仍维持在 -1000V，从进气孔 18 向室 12 中输入 100 sccm 的氩气和氮气混合气。然后从直流电源 16a 产生 150-A 电弧电流，使金属离子从电弧-蒸发源 15a 上流出。来自电弧-蒸发源 15a 的金属离子通过这种方法溅到基片 19 表面上，从而清除了基片 19 表面上存在的强污迹和氧化膜。此处，在本实例中，在下列表 I 中所述的用于分别形成中间层、第一种膜和第二种膜的金属和化合物在电弧-蒸发源 15a、15b 和 15c 中被用作蒸发源物质。而且在这个实例中，第一种膜--相对密度为 99.8%，通过高温等静压法制造--被用作蒸发源物质，一种 TiSi-合金，其中在包括其对面在内的源材料表面上连续测距，没有发现缺陷。

其后，从进气孔 18 导入氮气，使室 12 的内压升至 2.7 Pa，将直流电源 17 的电压设置在 -80V。开始在基片 19 表面形成金属氮化物膜或金属膜。维持这种情况直至金属氮化物膜（例如 TiN 等）或金属膜（例如 Ti 等）达到预定的厚度（0.3 $\mu$ m）为止。通过该方法，形成金属氮化物膜（例如 TiN 等膜）或金属膜（例如 Ti 等膜）作为中间层。

在形成上述中间层之后，保持室内的状态——压力：2.7Pa，导入氮气，直流电源 17 的电压：-80V，从每个直流电源 16b 和 16c 分别向电弧-蒸发源 15b 和 15c 提供 -40V，95A 电流。因此，金属离子从电弧-蒸发源 15b 沿着箭头 21b 所示方向蒸发，而化合物离子则从电弧-蒸发源 15c 上沿着箭头 21c 所示方向蒸发，在基片 19 表面上形成预定厚度的涂膜，

这样制造出测试样 1-1~1-8。应当理解,测试样 1-1~1-8 涂层可以想象的由第一和第二种膜组成的构造是如图 1 所述的那些构造。

ii. 常规产品: 测试样 1-9

如下制造测试样 1-9。首先,准备好和测试样 1-1~1-8 相同的工具  
5 作为基片。将基片安装在图 3 所示的膜沉积设备 11 中的样品夹 20 上,该设备在室 12 的上部有进气孔 18。电弧-蒸发源 15a 的蒸发源材料由钛制成,而电弧-蒸发源 15c 的蒸发源材料,位于蒸发源 15a 对面的壁上,由钛-铝化合物 ( $\text{Ti } 0.5, \text{Al } 0.5$ ) 制成,其中“ $(\text{Ti } 0.5, \text{Al } 0.5)$ ”表示 Ti 和 Al 原子的数量比为 0.5:0.5 的化合物。膜沉积设备 11 的其他构造和制  
10 造测试样 1-1~1-8 时相同。

采用膜沉积设备 11,按照和上述测试样 1-1~1-8 相同的技术,用氩气喷溅基片 19 表面,再用钛离子溅蚀。然后像上述测试样 1-1~1-8 那样,在基片 19 表面上形成厚  $0.3\mu\text{m}$  的 TiN 膜作为中间层。

在形成了 TiN 膜之后,用直流电源 16c 向电弧-蒸发源 15c 施加-  
15 40V, 95A 电流,使钛和铝离子从蒸发源 15c 流出,从进气孔 18 吹入氮气。钛离子、铝离子和氮气在基片 19 上反应,在基片 19 表面的中间层 (TiN 膜) 上形成薄层厚度为  $3\mu\text{m}$  的  $(\text{Ti } 0.5, \text{Al } 0.5)\text{N}$  膜 (其中“ $(\text{Ti } 0.5, \text{Al } 0.5)\text{N}$ ”表示 Ti、Al 和 N 原子的数量比为 0.5:0.5:1 的化合物。),得到测试样 1-9。

20 iii. 常规产品: 测试样 1-10

采用和上述 1-9 相同的方法制造测试样 1-10。具体而言,准备好和上述测试样 1-1~1-8 相同的工具基片,将基片安装在图 3 所示的膜沉积设备 11 中的样品夹 20 上,该设备在室 12 的上部有进气孔 18。电弧-蒸发源 15a 的蒸发源材料由钛制成,而电弧-蒸发源 15c 的蒸发源材料,位于蒸发源 15a 对面的壁上,由钛-硅化合物 ( $\text{Ti } 0.8, \text{Si } 0.2$ ) 制成,其中  
25 “ $(\text{Ti } 0.8, \text{Si } 0.2)$ ”表示 Ti 和 Si 原子的数量比为 0.8:0.2 的化合物。然后采用与测试样 1-9 相同的方法,用与制造测试样 1-1~1-8 时相同构造的膜沉积设备 11,用氩气喷溅基片 19 表面,再用钛离子溅蚀,然后在其上形成厚  $0.3\mu\text{m}$  的 TiN 膜作为中间层。

在形成了 TiN 膜之后, 用直流电源 16c 向电弧-蒸发源 15c 施加-40V, 95A 电流, 使钛和硅离子从蒸发源 15c 流出, 从进气孔 18 吹入氮气。钛离子、硅离子和氮气在基片 19 上反应, 在基片 19 表面的中间层 (TiN 膜) 上形成薄层厚度为  $3\mu\text{m}$  的 (Ti 0.8, Si 0.2)N 膜 (其中“(Ti 0.8, Si 0.2)N”表示 Ti、Si 和 N 原子的数量比为 0.8:0.2:1 的化合物。), 得到测试样 1-10。

iv. 常规产品: 测试样 1-11

采用和上述 1-9 相同的方法制造测试样 1-11。具体而言, 准备好和前述测试样 1-1~1-8 相同的工具基片, 将基片安装在图 3 所示的膜沉积设备 11 中的样品夹 20 上, 该设备在室 12 的上部有进气孔 18。电弧-蒸发源 15a 的蒸发源材料由钛制成; 然后采用与制造测试样 1-1~1-8 时相同构造的膜沉积设备 11, 按照和测试样 1-9 相同的方法, 用氩气溅射基片 19 表面, 再用钛离子溅蚀, 然后在其上形成厚  $0.3\mu\text{m}$  的 TiN 膜作为中间层。

在形成了 TiN 膜之后, 用直流电源 16c 向电弧-蒸发源 15c 施加-40V, 95A 电流, 使钛离子从蒸发源 15a 流出, 从进气孔 18 吹入甲烷 ( $\text{CH}_4$ ) 气和氮气。钛离子、甲烷气和氮气在基片 19 上反应, 在基片 19 表面的中间层 (TiN 膜) 上形成薄层厚度为  $3\mu\text{m}$  的 Ti(C 0.5, N 0.5) 膜 (其中“(Ti(C 0.5, N 0.5)”表示 Ti、C 和 N 原子的数量比为 1:0.5:0.5 的化合物), 得到测试样 1-11。

(2) 工具使用寿命评估

在表 II 所述的条件下, 对按照上述方法获得的测试样 1-1~1-11 进行持续干燥加工测试和间断切割测试, 测量切割刃上后角 (侧翼) 宽度的磨损。应当理解, 表 I 中所述的测试样 1-1~1-8 化合物颗粒直径是在透射电子显微镜下观察而得到的, 并计算平均颗粒直径。还应当理解, 测试样 1-1~1-11 的组成是用微量-分析型 EDX (能量分散 X-射线) 分光计结合透射电子显微镜而分析得到的。该组成还可以用 XPS (X-射线光电子能谱) 或 SIMS (次级离子质谱法) 来确定。由第二种膜和第一种膜, 第二种膜和中间层组成的涂层整体的组成 (结晶度) 是用 X-射线衍射法分析的。第一种膜的组成 (结晶度) 用透射电子衍射法进行分析。

表 I.

| 样品号  | 中间层 |                          | 涂层      |                   |             |            |       |              |     |            |     |      | 后角磨损 (mm) |       |
|------|-----|--------------------------|---------|-------------------|-------------|------------|-------|--------------|-----|------------|-----|------|-----------|-------|
|      | 膜类型 | 膜厚度<br>( $\mu\text{m}$ ) | 第一种膜    |                   |             |            | 第二种膜  |              |     |            | 结晶性 | 复合厚度 | 持续加工      | 间断式切割 |
|      |     |                          | 膜类型     | Si 量<br>(原子<br>%) | Si-基结<br>晶性 | 厚度<br>(nm) | 膜类型   | 颗粒直<br>径(nm) | 结晶性 | 厚度<br>(nm) |     |      |           |       |
| 1-1  | TiN | 0.3                      | TiSiN   | 21                | 无定形         | 4          | CrN   | 4            | 立方体 | 4          | 立方体 | 3.2  | 0.050     | 0.068 |
| 1-2  | Ti  | 0.15                     | TiSiN   | 12                | 无定形         | 11         | TiCrN | 6            | 立方体 | 11         | 立方体 | 2.2  | 0.051     | 0.077 |
| 1-3  | Cr  | 0.06                     | TiSiN   | 17                | 无定形         | 24         | CrN   | 8            | 立方体 | 24         | 立方体 | 4.8  | 0.087     | 0.089 |
| 1-4  | CrN | 0.3                      | TiSiN   | 24                | 无定形         | 42         | TiN   | 5            | 立方体 | 42         | 立方体 | 4.2  | 0.078     | 0.082 |
| 1-5  | TiN | 0.22                     | TiSiN   | 6                 | 无定形         | 1.5        | TiCrN | 1            | 立方体 | 1.5        | 立方体 | 1.5  | 0.088     | 0.082 |
| 1-6  | TiN | 0.3                      | TiSiCN  | 20                | 无定形         | 5          | CrCN  | 4            | 立方体 | 5          | 立方体 | 3.0  | 0.052     | 0.065 |
| 1-7  | TiN | 0.3                      | TiSiC   | 20                | 无定形         | 5          | CrC   | 4            | 立方体 | 5          | 立方体 | 3.0  | 0.054     | 0.067 |
| 1-8  | TiN | 0.3                      | TiSiCNO | 20                | 无定形         | 5          | CrCNO | 4            | 立方体 | 5          | 立方体 | 3.0  | 0.052     | 0.070 |
| 1-9  | TiN | 0.3                      | TiAlN   | -                 | -           | -          | -     | -            | -   | -          | 立方体 | 3.0  | 0.221     | 0.215 |
| 1-10 | TiN | 0.3                      | TiSiN   | 20                | -           | -          | -     | -            | -   | -          | 立方体 | 3.0  | 0.198     | 破裂    |
| 1-11 | TiN | 0.3                      | TiCN    | -                 | -           | -          | -     | -            | -   | -          | 立方体 | 3.0  | 0.247     | 0.237 |



表 II.

|              | 持续加工    | 间断式切割   |
|--------------|---------|---------|
| 加工材料         | SCM 435 | SCM 435 |
| 切割速度 (m/min) | 250     | 250     |
| 送料速度 (mm/转)  | 0.35    | 0.30    |
| 切割深度 (mm)    | 2.0     | 1.5     |
| 加工时间 (min)   | 20      | 30      |

如表 I 所示的, 与测试样 1-9~1-11 相比, 测试样 1-1~1-8 中后角磨损要轻微些, 证实了对工具寿命有较大的改善。特别是, 即使在干法加工下, 后角也磨损轻微, 显然测试样 1-1~1-8 同时具有耐磨性和润滑作用。同样明显的是测试样 1-1~1-8 即使在间断式切割中也具有耐磨性和润滑作用。此外, 检查测试样 1-1~1-8 的组成显示: 第一种膜中 Ti-基化合物颗粒是分散在 Si-基化合物的无定形结构中的。

#### 实施方案 2

按照与实施方案 1 相同的制造方法在各个基片铰刀上 (JIS K10 烧结碳化物) 制备涂层, 制造出测试样 2-1~2-6。测试样 2-1 像上述测试样 1-1 那样形成有相同的中间层和涂膜。至于测试样 2-2, 其基片表面涂有一层  $1\mu\text{m}$  的  $\text{TiSiN}$  膜, 在该膜上形成有和上述测试样 1-1 相同的涂膜。至于测试样 2-3, 在基片表面上涂有一层  $1\mu\text{m}$  的  $\text{TiAlN}$  膜, 在该膜上形成有和上述测试样 1-1 相同的涂膜。至于测试样 2-4~2-6, 其基片上分别形成有和上述测试样 1-9~1-11 相同的中间层和涂膜。

用测试样 2-1~2-6 对灰铁 (FC 250) 进行钻孔操作, 评定每个样品的使用期。加工条件的参数设置为: 钻孔器直径 20mm, 切割速度 5 m/min, 进料速度 0.4 mm/转, 切割深度 0.15 mm, 湿法。为了评定使用寿命, 当加工材料 (灰铁) 中所钻的孔尺寸精度超出规定的范围时, 该点被认为是使用期限, 评定样品使用寿命结束前的孔的数量。结果列于表 III 中。

表 III.

| 操作 | 确定使用寿命的标准 | No.2-1 | No. 2-2 | No. 2-3 | No. 2-4 | No. 2-5 | No. 2-6 |
|----|-----------|--------|---------|---------|---------|---------|---------|
| 铰孔 | 计数至失去尺寸精度 | 35,000 | 38,000  | 37,000  | 4,500   | 6,000   | 3,600   |

、如表 III 所示, 测试样 2-1~2-3 与测试样 2-4~2-6 相比, 证实了在使用寿命方面得到了较大的改善。推测使用寿命的延长可能是由于具有特别突出的耐磨性。

### 实施方案 3

按照与实施方案 1 相同的制造方法在各个基片端铣刀上 (JIS K10 烧结碳化物) 制备涂层, 制造出测试样 3-1~3-6。测试样 3-1 形成有和上述测试样 1-1 相同的中间层和涂膜。至于测试样 3-2, 其基片表面涂有一层  $1\mu\text{m}$  的  $\text{TiSiN}$  膜, 在该膜上形成有和上述测试样 1-1 相同的涂膜。至于测试样 3-3, 基片表面上涂有一层  $1\mu\text{m}$  的  $\text{TiAlN}$  膜, 在该膜上形成有和上述测试样 1-1 相同的涂膜。至于测试样 3-4~3-6, 其基片上分别形成有和上述测试样 1-9~1-11 相同的中间层和涂膜。

用测试样 3-1~3-6 对球墨铸铁 (FCD 450) 进行端铣刀水平切割操作 (切割宽度 15mm), 评定每个样品的使用寿命。加工条件的参数设置为: 切割速度 75 m/min, 进料速度 0.03 mm/转, 切割深度 2 mm, 湿法。为了评定使用寿命, 当加工材料 (铸铁) 上的水平切割的尺寸精度超出规定的范围时, 该点被认为是使用期限, 评定样品使用寿命结束前的切口长度。结果列于表 IV 中。

20 表 IV.

| 操作      | 确定使用寿命的标准  | No.3-1 | No. 3-2 | No. 3-3 | No. 3-4 | No. 3-5 | No. 3-6 |
|---------|------------|--------|---------|---------|---------|---------|---------|
| 端铣刀水平切割 | 失去尺寸精度前的长度 | 20 m   | 22 m    | 25 m    | 2.1 m   | 2.8 m   | 1.9 m   |

如表 IV 所示, 测试样 3-1~3-3 与测试样 3-4~3-6 相比, 证实了在使用寿命方面得到了较大的改善。推测使用寿命的延长可能是由于具有特别突出的耐磨性。

实施方案 4

5       按照与实施方案 1 相同的制造方法在各个基片可以取代的磨铣衬垫上 (JIS P10 烧结碳化物; 切割刃形状: 前角 8°, 后角 6°) 制备涂层, 制造出测试样 4-1~4-6。测试样 4-1 形成有和上述测试样 1-1 相同的中间层和涂膜。至于测试样 4-2, 其基片表面涂有一层 1 μm 的 TiSiN 膜, 在该膜上形成有和上述测试样 1-1 相同的涂膜。至于测试样 4-3, 基片表面上涂有一层 1 μm 的 TiAlN 膜, 在该膜上形成有和上述测试样 1-1 相同的涂膜。至于测试样 4-4~4-6, 其基片上分别形成有和上述测试样 1-9~1-11 相同的中间层和涂膜。

      用测试样 4-1~4-6 对铬-钼钢 (SCM 435) 进行半成品铣磨操作, 以评定每个样品的使用寿命。加工条件的参数设置为: 切割速度 100  
15 m/min, 进料速度 0.08 mm/转, 干法。为了评定使用寿命, 当加工材料 (钢) 的半成品铣磨的尺寸精度超出规定的范围时, 该点被认为是使用期限, 评定样品使用寿命结束前的时间。结果列于表 V 中。

表 V.

| 操作      | 确定使用寿命的标准  | No.4-1 | No. 4-2 | No. 4-3 | No. 4-4 | No. 4-5 | No. 4-6 |
|---------|------------|--------|---------|---------|---------|---------|---------|
| 半成品铣磨操作 | 失去尺寸精度前的时间 | 120min | 140min  | 130min  | 35min   | 49min   | 27min   |

20       如表 V 所示, 测试样 4-1~4-3 与测试样 4-4~4-6 相比, 证实了在使用寿命方面得到了较大的改善。而且, 即使在干燥条件下也可以增强使用寿命的事实也证实其具有突出的耐磨性和卓越的润滑性。

实施方案 5

制造以 cBN 烧结物为基片的加工衬垫，进行磨损分析。CBN 烧结物是这样制造的：用烧结碳化物制成的罐和柱塞混合由 40 重量%TiN 和 10 重量%Al 组成的粘合材料粉和 50 重量%的平均颗粒直径为  $2.5\mu\text{m}$  的 cBN 粉，装入烧结碳化物容器中，在 5GPa 压力和  $1400^{\circ}\text{C}$  下烧结 60 分钟。将 cBN 烧结物制成 ISO-标准 SNGA 120408 形式，制造出加工衬垫。按照与实施方案 1 相同的方法在这种基片衬垫上形成和上述测试样 1-1 相同的中间层和涂膜（测试样 5-1）。此外，以与实施方案 1 相同的方法在这种基片衬垫上形成和上述测试样 1-9 相同的中间层和涂膜，制备测试样 5-2，作为比较例。

以 SUJ2 杆（HRC 62）作为一种回火钢，用测试样 5-1 和 5-2 对其外围进行加工，评定每个样品上后角磨损程度。加工条件的参数设置为：切割速度 100 m/min，切割深度 2mm，进料速度 0.1 mm/转，干法；加工进行 30 分钟。结果测试样 5-1 后角磨损为 0.085mm，而测试样 5-2 的后角磨损为 0.255mm。因此，即使在干燥条件下，测试样 5-1 的后角磨损也要轻微的事实证实测试样 5-1 具有突出的耐磨性和卓越的润滑性。

如上所释，本发明的被覆工具被证明具有高硬度和卓越的耐磨性，以及极好的润滑性。因而，使用本发明的工具，由于工具本身具有润滑性，即使在不使用切割液的干法操作中也可以改善工具的使用寿命。因此，本发明起到了增强了诸如钻子、端铣刀、可换磨铣衬垫、可换车削衬垫、金属开槽锯、齿轮切削工具、铰刀或螺丝攻的工具的耐磨性作用，且使工具的使用寿命得到改善。

这里仅仅选择了一些实施方案来说明本发明。对于本领域的技术人员而言，很显然，可以根据上述的公开内容，在此进行各种改变和修改而不偏离本发明所附权利要求限定范围。而且，上述的本发明实施方案仅用于说明目的，对附加权利要求及其等价物所限定的本发明内容没有限制作用。

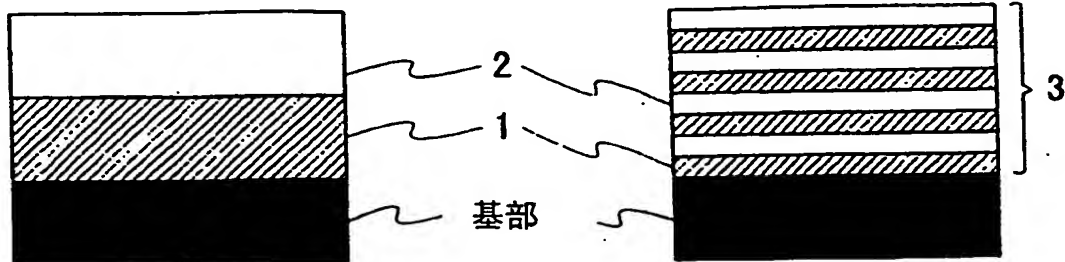


图 1A

图 1B

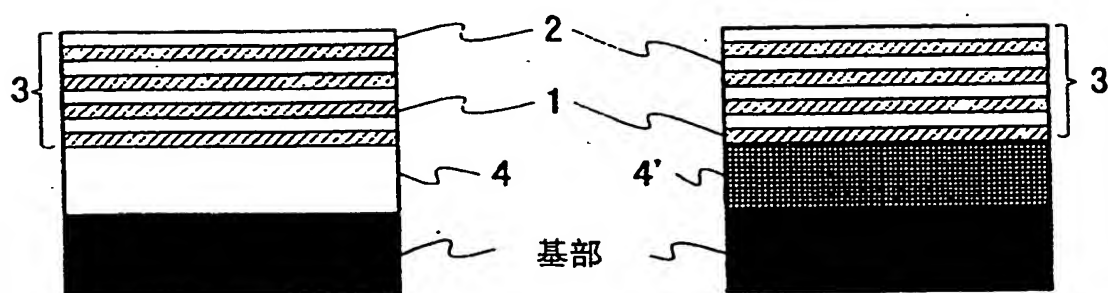


图 1C

图 1D

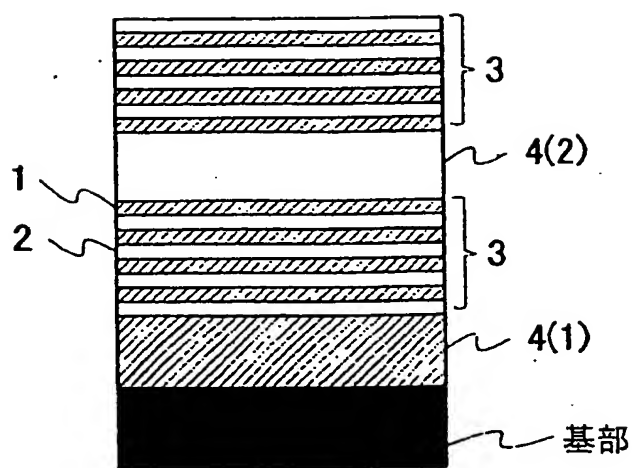


图 1E

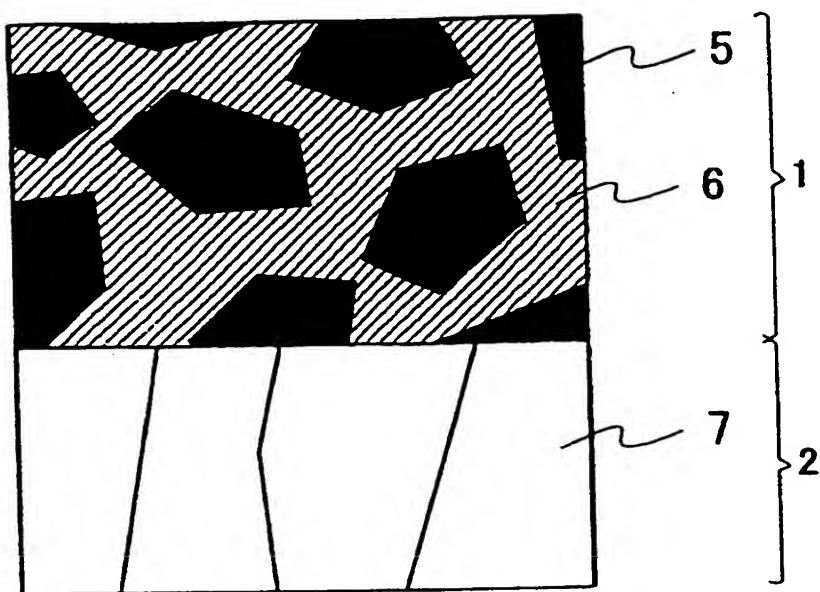


图 2A

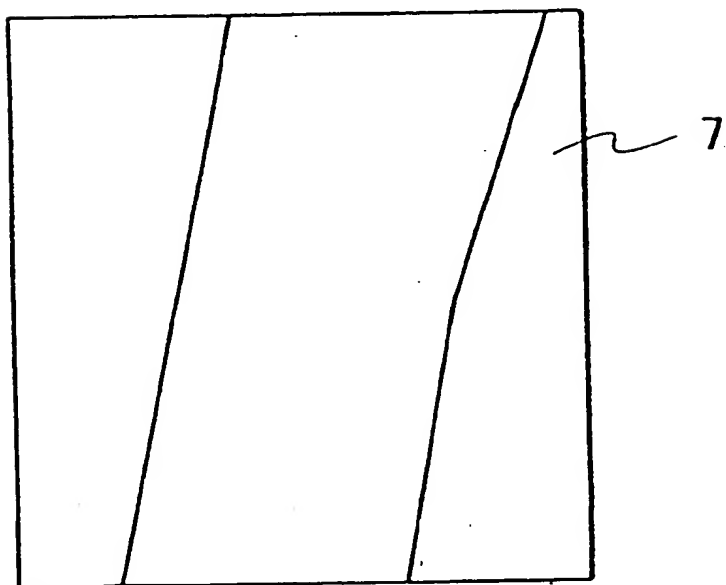


图 2B

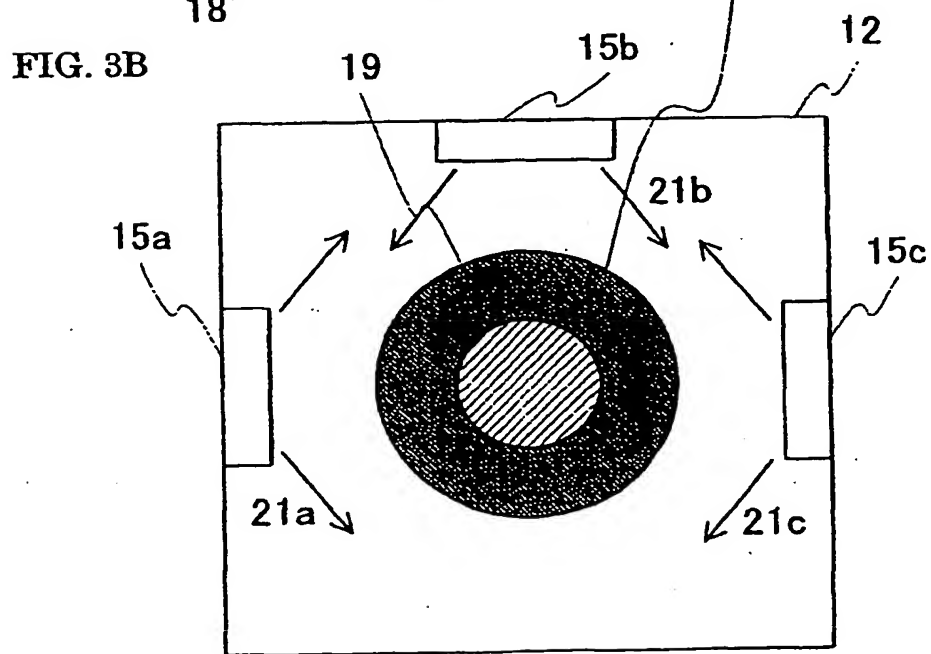
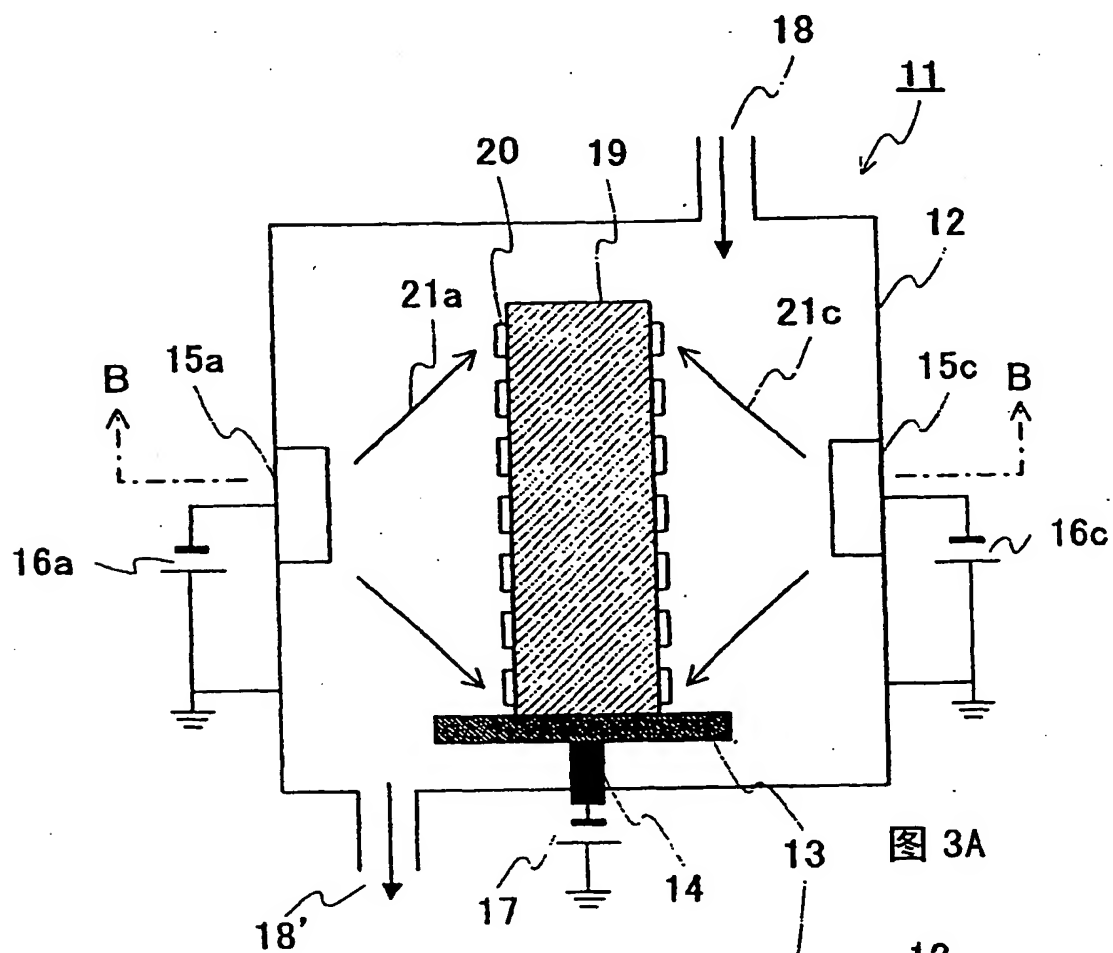


图 3B